

Rec'd PCT/PTO

26 APR 2005

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-301261

(43)Date of publication of application : 24.10.2003

(51)Int.Cl.

C23C 14/30

H01J 9/02

H01J 11/02

(21)Application number : 2002-111871

(71)Applicant : SONY CORP

(22)Date of filing : 15.04.2002

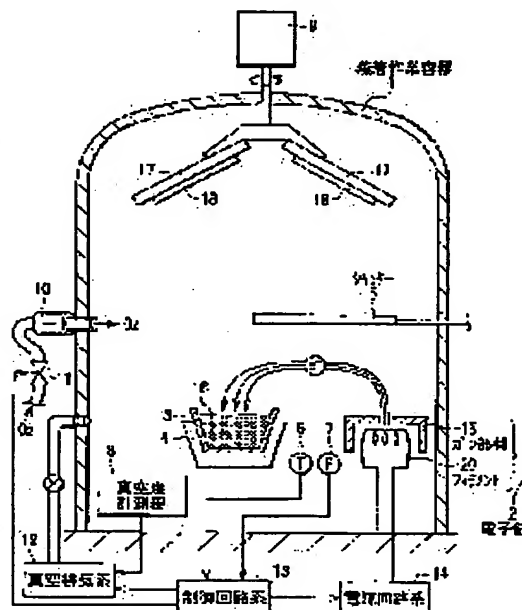
(72)Inventor : SHIROMIZU SHINICHIRO

(54) ELECTRON BEAM VAPOR DEPOSITION METHOD AND ELECTRON BEAM VAPOR DEPOSITION APPARATUS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To achieve extending the life of a filament, stabilizing an electron emitting capacity, further improving quality and reliability of an oxide film formed by a vapor deposition process with the use of such a filament, saving time and labor for the vapor deposition process, and reducing the cost.

SOLUTION: This vapor deposition method is characterized by controlling each of a temperature of the filament 20 and a partial pressure of oxygen around the filament, while keeping a condition of the combination of them so as not to oxidize tungsten or a material reactive with oxygen, which is a forming material of the filament 20, and raising or lowering each the temperature and the partial pressure of oxygen, to cancel or reduce thermal oxidation of the filament 20.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-301261

(P2003-301261A)

(43) 公開日 平成15年10月24日 (2003. 10. 24)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テ-マコード (参考) |
|---------------------------|------|---------------|-------------|
| C 2 3 C 14/30 | | C 2 3 C 14/30 | Z 4 K 0 2 9 |
| H 0 1 J 9/02 | | H 0 1 J 9/02 | F 5 C 0 2 7 |
| 11/02 | | 11/02 | B 5 C 0 4 0 |

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2002-111871(P2002-111871)

(22) 出願日 平成14年4月15日 (2002. 4. 15)

(71) 出願人 000002185

ソニー株式会社

東京都品川区北品川6丁目7番35号

(72) 発明者 白水 進一郎

東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニ

ー株式会社内

(74) 代理人 100098785

弁理士 藤島 洋一郎

Fターム (参考) 4K029 BA43 BD00 CA02 DB21 EA03

5C027 AA07

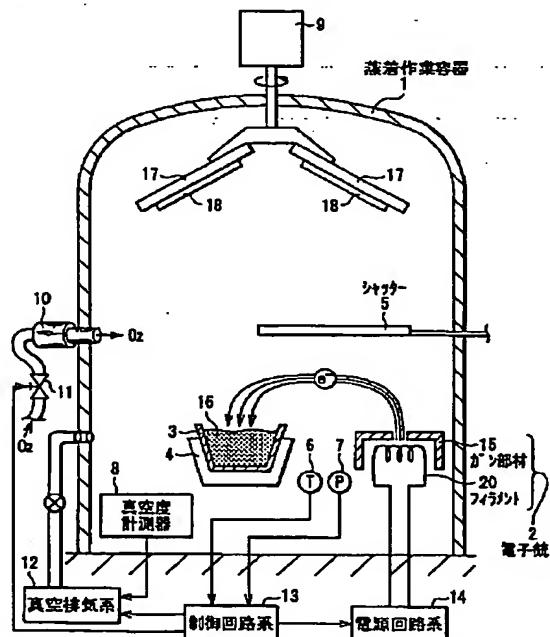
5C040 GD09 JA07 JA31 MA23 MA26

(54) 【発明の名称】 電子ビーム蒸着方法および電子ビーム蒸着装置

(57) 【要約】

【課題】 フィラメントの長寿命化および電子放出性能の安定化を達成し、延いてはそのようなフィラメントを用いて行われる蒸着プロセスによって成膜される酸化物膜の品質や信頼性の向上およびその蒸着プロセスに要する手間や時間の簡易化や低コスト化を達成する。

【解決手段】 フィラメント20の温度と酸素分圧との組み合わせが、フィラメント20の形成材料であるタングステンまたは酸素と反応する素材が酸化することのない組み合わせとなるような条件を保ちつつ、フィラメント20の温度とその周囲の酸素分圧とを、各々制御して、それら温度および酸素分圧をそれぞれ上昇または降下させることで、フィラメント20の熱酸化を解消ないしは低減させる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 酸素が導入される蒸着作業容器内に配置されたタングステンまたは酸素と反応する素材を主材料としてなるフィラメントから熱電子を放出させ、その熱電子をターゲットに照射して、そのターゲットの物質の蒸気を発生させ、その蒸気をワークに被着させることにより、前記物質の酸化物膜を前記ワークに成膜する電子ビーム蒸着方法であって、

前記酸化物膜を成膜する蒸着プロセスの前または後のうち少なくともいずれか一方で、前記フィラメントの温度と前記蒸着作業容器内の少なくとも前記フィラメントに接する雰囲気中の酸素分圧とを、前記タングステンまたは酸素と反応する素材に酸化が生じることのない組み合わせを保つように、各々制御しながら変化させる工程を含むことを特徴とする電子ビーム蒸着方法。

【請求項2】 前記フィラメントの温度および前記酸素分圧を、前記蒸着プロセスで要求されるフィラメントの温度と酸素分圧との組み合わせと、常態におけるフィラメントの温度と酸素分圧との組み合わせとの間で、各々制御しながら上昇または降下させることを特徴とする請求項1記載の電子ビーム蒸着方法。

【請求項3】 前記蒸着プロセスの前には、前記酸素分圧を一定に保ちつつ前記フィラメントの温度を前記蒸着プロセスで要求される温度またはそれ以上にまで上昇させ、しかる後に、前記フィラメントの温度を一定に保ちつつ前記蒸着作業容器内の酸素分圧を前記蒸着プロセスで要求される酸素分圧またはそれ以上にまで上昇させ、前記蒸着プロセスの後には、フィラメントの温度を一定に保ちつつ酸素分圧を所定の酸素分圧にまで降下させ、しかる後に、前記酸素分圧を一定に保ちつつ、前記フィラメントの温度を所定の温度にまで降下させることを特徴とする請求項1記載の電子ビーム蒸着方法。

【請求項4】 前記蒸着プロセスの前または後のうち少なくともいずれか一方で、前記フィラメントの温度を前記蒸着プロセスで要求される温度以上であってかつ前記フィラメントに粒界の劣化が生じる温度未満の温度にまで上昇させて前記フィラメントの空焼きを行うことで、少なくとも前記フィラメントの表面の酸化物を熱分解させる工程を、さらに含むことを特徴とする請求項1記載の電子ビーム蒸着方法。

【請求項5】 前記ターゲットがマグネシウム、前記ワークがプラズマディスプレイ表示素子の基板、前記酸化物膜が酸化マグネシウムであり、前記蒸着プロセスによって、前記プラズマディスプレイ表示素子の基板上に酸化マグネシウムからなる保護膜を成膜することを特徴とする請求項1記載の電子ビーム蒸着方法。

【請求項6】 前記蒸着プロセスの後には、前記酸素分圧は一定のままで、前記フィラメントの温度を、前記フィラメントの実質的な劣化の要因となる前記タングステンの酸化または前記素材の酸化が生じることのない迅速

さで、前記タングステンまたは前記素材と前記蒸着作業容器内の酸素とが平衡状態になるまで降下させ、しかる後に、前記酸素分圧を降下させることを特徴とする請求項1記載の電子ビーム蒸着方法。

【請求項7】 タングステンまたは酸素と反応する素材を主材料としてなるフィラメントが蒸着作業容器内に配置されており、そのフィラメントから放出される熱電子をターゲットに照射して、そのターゲットの物質の蒸気を発生させ、その蒸気をワークに被着させることにより、前記物質の酸化物膜を前記ワークに成膜する電子ビーム蒸着装置であって、

前記酸化物膜を成膜する蒸着プロセスの前または後のうち少なくともいずれか一方で、前記フィラメントの温度と前記蒸着作業容器内の少なくとも前記フィラメントに接する雰囲気中の酸素分圧とを、前記タングステンまたは酸素と反応する素材に酸化が生じることのない組み合わせを保つように、各々制御しながら変化させる制御手段を備えたことを特徴とする電子ビーム蒸着装置。

【請求項8】 前記制御手段が、前記フィラメントの温度および前記酸素分圧を、前記蒸着プロセスで要求されるフィラメントの温度と酸素分圧との組み合わせと、常態におけるフィラメントの温度と酸素分圧との組み合わせとの間で、各々制御しながら上昇または降下させることを特徴とする請求項7記載の電子ビーム蒸着装置。

【請求項9】 前記制御手段が、前記蒸着プロセスの前には、前記酸素分圧を一定に保ちつつ前記フィラメントの温度を前記蒸着プロセスで要求される温度またはそれ以上にまで上昇させ、しかる後に、前記フィラメントの温度を一定に保ちつつ前記蒸着作業容器内の酸素分圧を前記蒸着プロセスで要求される酸素分圧またはそれ以上にまで上昇させ、前記蒸着プロセスの後には、フィラメントの温度を一定に保ちつつ酸素分圧を所定の酸素分圧にまで降下させ、しかる後に、前記酸素分圧を一定に保ちつつ、前記フィラメントの温度を所定の温度にまで降下させる制御を行うことを特徴とする請求項7記載の電子ビーム蒸着装置。

【請求項10】 前記制御手段が、前記蒸着プロセスの前または後のうち少なくともいずれか一方で、前記フィラメントの温度を前記蒸着プロセスで要求される温度以上であってかつ前記フィラメントに粒界の劣化が生じる温度未満の温度にまで上昇させて前記フィラメントの空焼きを行って少なくとも前記フィラメントの表面の酸化物を熱分解させる制御を行うことを特徴とする請求項7記載の電子ビーム蒸着装置。

【請求項11】 前記ターゲットがマグネシウム、前記ワークがプラズマディスプレイ表示素子の基板、前記酸化物膜が酸化マグネシウムであり、前記蒸着プロセスによって、前記プラズマディスプレイ表示素子の基板上に酸化マグネシウムからなる保護膜を成膜することを特徴とする請求項7記載の電子ビーム蒸着装置。

【請求項12】 前記制御手段が、前記蒸着プロセスの後には、前記酸素分圧は一定のままで、前記フィラメントの温度を、前記フィラメントの実質的な劣化の要因となる前記タングステンの酸化または前記素材の酸化が生じることのない迅速で、前記タングステンまたは前記素材と前記蒸着作業容器内の酸素とが擬平衡状態になるまで降下させ、しかる後に、前記酸素分圧を降下させる制御を行うことを特徴とする請求項7記載の電子ビーム蒸着装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は電子ビーム蒸着方法および電子ビーム蒸着装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、40インチ以上のような大画面でかつ奥行き小さい壁掛けテレビなどの薄型ディスプレイデバイスを実現するために、プラズマディスプレイパネル（PDP）が開発されている。プラズマディスプレイパネルには、大別するとAC（交流）型とDC（直流）型とがあるが、発光効率や寿命の点で優れているAC型が主流となりつつある。

【0003】 一般的なAC型プラズマディスプレイデバイスにおいては、背面パネル側の透明基板上に、ガス放電で生じる紫外線で発光する蛍光体が配置される。また前面パネル側の透明基板上には、ガス放電を起こすための放電維持電極が形成され、その放電維持電極の上層には鉛ガラス等からなる誘電体層が形成され、さらにそのような透明基板上の主要構造物の表面には、それらを覆って保護するための酸化マグネシウム等からなる保護膜が形成される。

【0004】 放電維持電極は一般に、インジウム、錫酸化物（ITO）などからなる透明電極と、その透明電極のインピーダンスを低減するためのバス電極とを積層して形成される。酸化マグネシウムのような酸化物質膜からなる保護膜は、一般に、真空蒸着やスパッタリングに代表されるような薄膜成膜プロセスによって形成される。あるいは、誘電体層なども保護膜と同様の薄膜成膜プロセスで形成される場合もある。

【0005】 近年では、金属のような導電体か不導体かを問わず蒸着による成膜が可能であることや、精細な膜質の堆積が可能であることなどの特質を生かして、例えばプラズマディスプレイパネルや半導体デバイスなどの保護膜やその他の膜を成膜するために、いわゆるEB（電子線）蒸着法が採用されている。このEB蒸着法とは、一般に、ターゲット（成膜用の材料となる蒸着源）を電子ビームで叩いて物理的に加熱・昇華させて、そのターゲットの物質の蒸気を発生させ、それを被着対象のワーク（試料）の表面に堆積させることで、所望の物質からなる薄膜を成膜する、というものである。電子ビームの発生は、タングステン（W）を主材料としたフィラ

メントに電流を流して熱電子を放出させることによって行われることが多い。

【0006】 このようなフィラメントから放出される熱電子を用いたEB蒸着法では、ワーク上に成膜させる物質が例えば酸化マグネシウムのような酸化物質である場合には、ターゲットが電子ビームのエネルギーによって高温に加熱されてそのターゲットの物質から酸素が分解・遊離することに起因して、最終的に成膜された薄膜に酸素欠損が生じる場合がある。これを抑制するために、所定の酸素分圧を有する蒸着作業雰囲気中で成膜を行うことで、ワーク上に成膜される薄膜の酸素欠損を補って、最終的に得られる薄膜の組成を化学量論比にする、という対策が採用される場合がある。また、ターゲットは酸素含有率の低い物質、または純度の高い金属物質としておき、蒸着作業容器内に酸素ガスを強制的に導入して、蒸着作業雰囲気を所定の酸素分圧にして、目的とする化学量論比の酸化物質を得る、という対策が採用される場合もある。いずれにしても、酸素欠損を補うために蒸着作業雰囲気中に所定の分圧で酸素を存在させて蒸着による成膜を行うという方法は、反応性蒸着と呼ばれている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 ところが、上記のような所定の酸素分圧を有する蒸着作業雰囲気中でEB蒸着を行う際に、熱電子源であるフィラメントが熱酸化されてしまい、例えば数回ないし10回程度使用しただけで断線するなど、フィラメントの短命化を引き起こすという問題があった。そしてこのようなフィラメントの短命化は、延いては成膜プロセスにおけるメンテナンス作業の煩雑化やスループット悪化の要因や、製造コスト低減の妨げとなっていた。

【0008】 例えばフィラメントが断線して新しいものに取り替えるためには、蒸着作業容器内の真空状態を一旦破ってから、新たに真空状態に戻すことが必要となり、それに要する手間および時間の損失が甚大である。また、断線は突然に発生することが多いので、それまで順調に進んでいた蒸着プロセスでも一旦停止しなければならず、それに因る稼働効率の低下などの損失が甚大である。

【0009】 あるいは、フィラメントの断線を予防するためには、フィラメント自体の清掃作業や補修作業は言うまでもなく、その周囲の例えばフィラメントアッシー等の清掃作業などを頻繁に行わなければならないので、そのための手間が繁雑であり、またそれに要する時間的な損失も大きい。

【0010】 また、例えばタングステンからなるフィラメントの場合を一例として述べると、酸化した部分は導電性が低くて殆ど不導体である酸化タングステンとなっているので、熱電子を放出するために高電圧が印加されるフィラメントが電荷でチャージアップされてしまい、臨界電圧に至ると放電が生じて、甚だしくはフィラメン

ト自体あるいはそのEB蒸着装置内の構造物が静電破壊されてしまう場合もある。

【0011】また、断線には至らなくとも、酸化に起因してフィラメントが痩せて（細くなって）しまうといった劣化を生じ、それがフィラメントの電子放出能率を低下させたり電子放出性能を不安定なものとする要因となるという問題があった。

【0012】しかも、そのようなフィラメントの劣化に起因して電子放出能率が低下すると、所定の電子放出量を確保するために、さらに高い電力をフィラメントに与えなければならなくなり、それがフィラメントの劣化をさらに助長することとなるといった悪循環も生じる。

【0013】そしてこのようなフィラメントの劣化は、延いては成膜された酸化物膜の品質を低下させたり欠陥の発生率を増大させるなど、結果的に製品の品質や信頼性にも甚大な悪影響を与えるという虞があった。

【0014】本発明はかかる問題点に鑑みてなされたもので、その目的は、所定の酸素分圧を有する蒸着作業雰囲気中でEB蒸着を行う際に、熱電子源であるフィラメントが熱酸化されてその劣化が著しく進むという問題を解消ないしは改善して、フィラメントの長寿命化および電子放出性能の安定化を達成し、延いてはそのようなフィラメントを用いて行われる蒸着プロセスによって成膜される酸化物膜の品質や信頼性の向上およびその蒸着プロセスに要する手間や時間の簡易化や低コスト化を達成することが可能な電子ビーム蒸着方法および電子ビーム蒸着装置を提供することにある。

【0015】

【課題を解決するための手段】本発明による第1の電子ビーム蒸着方法は、酸化物膜を成膜する蒸着プロセスの前または後のうち少なくともいずれか一方（または両方）で、フィラメントの温度と蒸着作業容器内の少なくともフィラメントに接する雰囲気中の酸素分圧とを、フィラメントの形成材料であるタングステンまたは酸素と反応する素材に酸化が生じることのない組み合わせを保つように、各々制御しながら変化させる工程を含んでいる。

【0016】本発明による第1の電子ビーム蒸着装置は、酸化物膜を成膜する蒸着プロセスの前または後のうち少なくともいずれか一方で、フィラメントの温度と蒸着作業容器内の少なくともフィラメントに接する雰囲気中の酸素分圧とを、フィラメントの形成材料であるタングステンまたは酸素と反応する素材に酸化が生じることのない組み合わせを保つように、各々制御しながら変化させる制御手段を備えている。

【0017】本発明による第1の電子ビーム蒸着方法または第1の電子ビーム蒸着装置では、酸素が導入される蒸着作業容器内に配置されたタングステンまたは酸素と反応する素材を主材料としてなるフィラメントから熱電子を放出させ、その熱電子をターゲットに照射してター

ゲットの物質の蒸気を発生させ、その蒸気をワークに被着させて、ターゲットの物質の酸化物膜をワークの表面に成膜するに際して、フィラメントの温度と酸素分圧との組み合わせが、フィラメントの形成材料であるタングステンまたは酸素と反応する素材が実質的なフィラメントの劣化の要因となるような酸化を生じることのない組み合わせとなるような条件を保ちつつ、フィラメントの温度とその周囲の酸素分圧とを各々制御して、それら温度および酸素分圧をそれぞれ、例えば蒸着プロセスで要求されるフィラメントの温度と酸素分圧との組み合わせと、常態におけるフィラメントの温度と酸素分圧との組み合わせとの間で、上昇または低下させることにより、フィラメントの酸化を回避する。

【0018】ここで、上記のフィラメントの温度とその周囲の酸素分圧とを上昇または低下させることについて、さらに詳細には、蒸着プロセスの前には酸素分圧を一定に保ちつつフィラメントの温度を蒸着プロセスで要求される温度またはそれ以上にまで上昇させ、しかる後にフィラメントの温度を一定に保ちつつ蒸着作業容器内の酸素分圧を蒸着プロセスで要求される酸素分圧またはそれ以上にまで上昇させ、蒸着プロセスの後には、フィラメントの温度を一定に保ちつつ酸素分圧を所定の酸素分圧にまで低下させ、しかる後に酸素分圧を一定に保ちつつフィラメントの温度を所定の温度にまで低下させるようにすることで、より確実にフィラメントの酸化が回避される。

【0019】また、蒸着プロセスの前または後のうち少なくともいずれか一方で、フィラメントの温度を蒸着プロセスで要求される温度以上であってかつフィラメントに粒界の劣化が生じる温度未満の温度にまで上昇させてフィラメントの空焼きを行うことで、少なくともフィラメントの表面の酸化物を熱分解させる工程をさらに含むことで、例えばそれまでの蒸着プロセスでフィラメントに少しずつでも酸化が生じていたとしても、その酸化された部分の酸素が空焼きによって熱分解されて除去される。

【0020】本発明による第2の電子ビーム蒸着方法は、蒸着プロセスの後には、酸素分圧は一定のままで、フィラメントの温度を、フィラメントの実質的な劣化の要因となるタングステンの酸化またはフィラメントの素材の酸化が生じることのない迅速さで、タングステンまたはフィラメントの素材と蒸着作業容器内の酸素とが平衡状態になるまで低下させ、しかる後に、酸素分圧を低下させる工程を含んでいる。

【0021】本発明による第2の電子ビーム蒸着装置は、前記酸化物膜を成膜する蒸着プロセスの前では、フィラメントの温度と蒸着作業容器内の少なくともフィラメントに接する雰囲気中の酸素分圧とを、タングステンまたは酸素と反応する素材に酸化が生じることのない組み合わせを保つように各々制御しながら上昇させ、蒸着

プロセスの後では、まず酸素分圧は一定のままでフィラメントの温度をフィラメントの実質的な劣化の要因となるタングステンの酸化または素材の酸化が生じることのない迅速さでタングステンまたは素材と蒸着作業容器内の酸素とが平衡状態になるまで降下させ、しかる後に酸素分圧を降下させる制御を行う制御手段を備えている。

【0022】本発明による第2の電子ビーム蒸着方法または第2の電子ビーム蒸着装置では、実質的な成膜を行う蒸着プロセスの終了後、酸素分圧は蒸着プロセスの時点から変化させない状態で、まずフィラメントの温度を迅速に降下させることで、フィラメントの実質的な劣化の要因となるタングステンの酸化または素材の酸化が生じない程度に十分早急な、という意味である。これは換言すれば、フィラメントの温度を低下させて行くと、酸素分圧は一定であるから、フィラメントの温度と酸素分圧との組み合わせはタングステンの酸化または素材の酸化が生じる状態に突入することとなるが、その状態を経過する時間が短いので、フィラメントの実質的な劣化の要因となるタングステンの酸化または素材の酸化が回避される。

【0023】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について図面を参照して詳細に説明する。

【0024】図1は、本発明の一実施の形態に係る電子ビーム蒸着装置の概要構成を表したものである。なお、本発明の実施の形態に係る電子ビーム蒸着方法は、この電子ビーム蒸着装置の動作あるいは作用によって具現化されるものであるから、以下にそれらを併せて説明する。

【0025】この電子ビーム蒸着装置は、ベルジャーのような蒸着作業容器1の内部に、電子銃2と、ハース3と、ハース冷却系4と、シャッター5と、温度計測器6と、酸素分圧計測器7と、真空度計測器8とを備えている。蒸着作業容器1の外側には、ホルダー回転機構9と、ノズル10および開度調節弁11と、真空排気系12と、制御回路系13と、電源回路系14とが設けられている。

【0026】電子銃2は、タングステン(W)を主材料としてなるフィラメント20と、電子放出用の穴が設けられておりフィラメント20を覆うように設けられたガン部材15とを、その主要部として備えたものである。この電子銃2は、外部の電源回路系14から電力を供給されるとフィラメント20が赤熱して熱電子を放出するように設定されている。この電子銃2から放出された電子は、例えば図示しない偏向ヨーク等によって電磁気的に飛程を制御されてハース3に収容されたターゲット材16へと投射される。

【0027】ハース3は、ターゲット材16を収容する坩堝のようなものである。このハース3に収容されたターゲットに対して電子銃2から出射された熱電子が照射されるように配置されている。

【0028】ハース冷却系4は、ハース3を過熱から守るために冷却するものである。さらに具体的には、例えばウォータージャケットのような水冷方式の冷却装置などが好適である。

【0029】シャッター5は、蒸着プロセスによる所定の膜厚の堆積が完了した後などに、ターゲット材16から放出される薄膜材料の物質の蒸気の遮断を行うためのもので、ハース3とワーク18との間に配置される。

【0030】ホルダー17は、蒸着プロセスによって所定の薄膜が被着されるワーク18を機械的に保持するものである。ホルダー回転機構9は、蒸着による成膜の位置的な偏りを防ぐために、例えば電動機などを駆動力源として用いて、ホルダー17を回転させるためのものである。

【0031】ノズル10は、蒸着作業容器1内に分圧を調節しながら蒸着作業雰囲気中に酸素のような所定の物質のガス等を導入するためのもので、その導入量や流速は制御回路系13によって開度が制御される開度調節弁11によって調節可能に設定されている。

【0032】温度計測器6は、フィラメント20の近傍に設けられて、フィラメント20自体またはその近傍の温度を測定することで、フィラメント20の温度を計測するものである。この温度計測器6をフィラメント20の近傍に配置した場合には、その位置で測定された温度を近似的にフィラメント20自体の計測温度と見做すことができるように、例えば測定値の校正を行うか、または校正を施さなくとも実質的に測定値をフィラメント20自体の温度として取り扱ってもよい許容範囲内にその測定値の誤差が収まるように設定しておくことが望ましい。

【0033】酸素分圧計測器7は、フィラメント20の近傍の酸素分圧を計測するものである。この酸素分圧計測器7はフィラメント20の表面に接する雰囲気中の酸素分圧を測定するように配置されることが最も望ましいが、実際にはフィラメント20からある程度の距離を隔てて配置される。この酸素分圧計測器7の設置位置についても、その位置で測定された酸素分圧が近似的にフィラメント20の表面に接する雰囲気中の酸素分圧と見做すことができるものとなるように、例えば測定値の校正を行うか、または校正を施さなくとも実質的に測定値をフィラメント20の表面の酸素分圧として取り扱ってもよい許容範囲内にその測定値の誤差が収まるように設定しておくことが望ましい。

【0034】制御回路系13は、温度計測器6による計測結果および酸素分圧計測器7による計測結果に基づいて、フィラメント20自体またはその近傍の温度および

酸素分圧を予め定めておいた制御則に従って制御するものである。

【0035】制御回路系13による制御の、ハードウェア上の制御機能としては、温度計測器6による計測結果および予め定められたフィラメント20の温度の制御則に基づいて、電源回路系14から電子銃2へと供給する電力を調節することによって、フィラメント20の温度を制御する。また、酸素分圧計測器7による計測結果および予め定められた酸素分圧の制御則に基づいて、ノズル10の上流側に設けられた開度調節弁11の開度を調節して、ノズル10から蒸着作業容器1の中へと導入される酸素または酸素を含んだガスの導入量や流速を制御することで、蒸着作業容器1内の雰囲気中の酸素分圧を制御する。

【0036】この制御回路系13で用いられる制御則が、本発明に係る電子ビーム蒸着方法の主要部を実質的に具現化するものである。制御回路系13による温度制御と酸素分圧制御とは、それぞれ個別の制御量として制御されるが、その制御が従う制御則については、温度と酸素分圧との2変数の(二次元的な)組み合わせをフィラメント20に酸化が生じることのない組み合わせに保ちつつ変化させるように設定されている(これについての詳細は、電子ビーム蒸着装置の作用の説明にて後述する)。

【0037】真空排気系12は、蒸着作業容器1内を所定の真空度にまで真空化するためのものである。真空度計測器8は、蒸着作業容器1内の真空度を計測するものである。これら真空排気系12および真空度計測器8としては一般的な真空ポンプを用いたものを用いることが可能である。

【0038】次に、上記電子ビーム蒸着装置の作用について説明する。

【0039】この電子ビーム蒸着装置では、所定の酸化物質をワーク18の表面に堆積させて薄膜を成膜するという実質的な蒸着プロセスでは、酸素が導入される蒸着作業容器1内に配置されたタングステンを主材料となるフィラメント20から熱電子を放出させ、その熱電子をターゲットに照射して、ターゲットの物質の蒸気を発生させ、その蒸気をワーク18に被着させて、ターゲットの物質の酸化物膜をワーク18の表面に成膜する。このとき、電子銃2から所定の熱電子を放出するためにフィラメント20が高温に加熱されると共に、蒸着作業容器1内の作業雰囲気中に酸素または酸素を含んだガスを導入して酸素分圧(換言すれば酸素濃度)が所定の分圧に調節される。

【0040】蒸着作業容器1内の状態が上記のような実際の成膜を行う蒸着プロセスを実行することが可能な状態に至るまでの、言わば準備期間(本実施の形態では、これを「蒸着プロセスの前工程」または単に「前工程」と呼ぶものとする)では、いわゆる常態(常温・常圧で

通常の大気環境程度の酸素濃度)あるいは所定の立ち上げ状態(またはスタンバイ状態)から所定の真空度の真空状態にした後、酸素を導入して酸素分圧を蒸着プロセスで要求される所定の値にまで上昇させることが必要となる。また、所定の熱電子を蒸着プロセスで安定的に放出することができるように、その蒸着プロセスの前工程ではフィラメント20の温度を室温程度あるいは予熱程度から、例えば、2000[℃]あるいはそれ以上のような高温にまで上昇させることが必要となる。

【0041】また、所定の成膜が完了した後は、酸素の供給が不要となると共に、電子銃2からの熱電子の放出も不要となる。従って、所定の薄膜が成膜されて蒸着プロセスが完了した後(本実施の形態では、これを「蒸着プロセスの後工程」または単に「後工程」と呼ぶものとする)には、最終的に成膜が完了したワーク18を取り出すために、真空を解いて蒸着作業容器1内の状態を常態または立ち上げ状態にまで戻すと共にフィラメント20の温度を室温程度あるいは予熱程度にまで降下させる。

【0042】このような蒸着プロセスの前工程および後工程では、フィラメント20の温度と酸素分圧との組み合わせが、フィラメント20の形成材料であるタングステンまたは酸素と反応する素材が酸化することのない組み合わせとなるような条件を保ちつつ、フィラメント20の温度とその周囲の酸素分圧とを各々制御して、それら温度および酸素分圧をそれぞれ、前工程の場合には主に上昇、後工程の場合には主に降下させる。このようにすることにより、フィラメント20の長寿命化および電子放出性能の安定化を達成し、延いてはそのようなフィラメント20を用いて行われる蒸着プロセスによって成膜された酸化物膜の品質や信頼性の向上およびその蒸着プロセスに要する手間や時間の簡易化や低コスト化を達成することができる。

【0043】本発明者は、上記のような制御則に従ってフィラメント20の温度と酸素分圧とを変化させることでフィラメント20の酸化を回避することができることを、本発明者による種々の実験によって得られた知見および理論的な検討によって確認し、本発明を完遂するに至った。

【0044】すなわち、従来の電子ビーム蒸着方法では、蒸着プロセスの前工程で、蒸着作業容器1内の雰囲気を真空状態にして、そこに酸素ガスを導入して行き、それと並行してフィラメント20を徐々に加熱して行くことで、フィラメント20の温度を所定の熱電子が放射可能な高温状態にまで上昇させると共に蒸着作業容器1内の酸素分圧を酸化物質を酸素欠損なく成膜するに適した所定量にまで上昇させるようにしていた。ここで、フィラメント20を徐々に加熱して行くようにしていたのは、急激に高電圧を印加すると、例えば、フィラメント20の劣化した部分などから放電が生じてフィラメント

20 自体やその周囲のガン部材 15 などを破損させてしまう虞があるので、それを回避するためであった。

【0045】ところが、そのような従来の方法では、フィラメント 20 の断線や蒸着プロセスでの不規則な放電が多発する場合があります、また断線に至るまでの間でも、フィラメント 20 が細くなるといった劣化現象に起因して、熱電子の放出能力が不安定なものとなる可能性があった。

【0046】そこで本発明者は、そのような従来の方法におけるフィラメント 20 の断線や劣化、あるいは放電について、その発生要因を種々の実験によって詳査した。具体的には、従来の電子ビーム蒸着装置で従来の電子ビーム蒸着方法を試行して、それに用いたフィラメント 20 やその周囲のガン部材 15 の状態を観察し、考察を加えた。

【0047】その結果、

(1) 蒸着時の酸素導入でフィラメント 20 の表面に酸化タングステンが生じること。

(2) フィラメント 20 の表面が酸化タングステンで覆われることで、熱電子が放出され難くなり、熱電子の見掛けの放出能力が低下すること。

(3) フィラメント 20 の加熱で生成した酸化タングステンがフィラメント 20 の表面から離脱してフィラメント 20 が痩せて行く（欠損して行く）こと。あるいはさらに著しくは断線に至ること。

(4) フィラメント 20 の加熱で生成した酸化タングステンが飛散してガン部材 15 の裏面（フィラメント 20 に面している内壁など）に付着すること。

(5) フィラメント 20 から飛散した酸化タングステンがガン部材 15 の裏面等に付着して、放電の発生要因となること。

が確認された。これらは、生成した酸化タングステンが特徴的な黄色い物質であり、それがフィラメント 20 の表面に生成されていたことや、ガン部材 15 の裏面等に付着していることが観察されたことなどから確認することができた。

【0048】このように、従来の電子ビーム蒸着方法においては、フィラメント 20 が酸化することが、フィラメント 20 の短命化および電子放出性能の不安定化ならびに放電の要因となっており、延いてはそのようなフィラメント 20 を用いて行われる蒸着プロセスによって成膜された酸化物膜の品質や信頼性の低下や、蒸着プロセスに要する手間の煩雑化や、スルーブットの悪化や、製造コスト低廉化の妨げの要因となっていたことが判明した。

【0049】そこで、次に、そのようなフィラメント 20 の酸化の発生要因について検討した。その結果、従来の電子ビーム蒸着方法では、フィラメント 20 の温度とその周囲の雰囲気中の酸素分圧との組み合わせがフィラメント 20 を酸化させるような条件を満たす組み合わせ

となっていることに起因して、フィラメント 20 の酸化が進んでしまっていたことが分かった。

【0050】さらに詳細には、電子ビーム蒸着装置または電子ビーム蒸着方法におけるフィラメント 20 の温度とその周囲の雰囲気中の酸素分圧との 2 変数の組み合わせの変化を、図 2 に示したような横軸にフィラメント 20 の温度をプロットし縦軸に酸素分圧をプロットしてなる二次元的チャート上で考察すると、蒸着プロセスとして要求される状態のポイント、およびその前工程が通る経路、ならびに後工程が通る経路のいずれもが、フィラメント 20 の主材料であるタングステンに酸化が生じる組み合わせの領域 100 内（図 2 の二次元的チャートにおける粗い斜線を付して示した領域）を推移していた。このため、フィラメント 20 の表面が急激に酸化していたのであった。

【0051】これは、従来の電子ビーム蒸着方法において、まず前工程では、酸素ガスを急速に導入して酸素分圧を早急に上昇させると共に、不用意な放電を避けるためにフィラメント 20 の温度を徐々に上昇させていたもので、いわゆる常態から蒸着プロセスとして要求される状態まで、フィラメント 20 の温度と酸素分圧とが図 2 に一例として鎖線で示したような（図 2 のグラフ中で傾きの急な）経路を辿って変化していたために、フィラメント 20 の表面に酸化が生じる領域 100 を通る時間が長くなっていたことに因るものと考えられる。また、後工程では、酸素分圧を変化させる前に、電子銃 2 からの熱電子の放出が不要になるので、まずフィラメント 20 への電力の供給を停止するが、それでもフィラメント 20 には余熱が残っているので、フィラメント 20 の温度は瞬間的に降下するわけではなく、ある程度の時間を要するので、その間に、フィラメント 20 の表面が作業雰囲気中の酸素によって酸化されてしまう場合があることに因るものと考えられる。また、降下を完了して落ち着かせた状態の温度および酸素分圧の組み合わせが、タングステンに酸化が生じる領域 100 内に設定されている場合も多かったため、そのようなことに因るものと考えられる。いずれにしても、従来の方法では、前工程および後工程ならびに蒸着プロセス自体が、フィラメント 20 の表面に酸化が生じる領域 100 内で行われていたもので、それに起因して、フィラメント 20 の表面が急激に酸化してしまっていたということが判明した。

【0052】そこで本発明による電子ビーム蒸着方法では、例えば図 2 に実線で示したように、フィラメント 20 の温度と酸素分圧との組み合わせを、上記のようなフィラメント 20 のタングステンに酸化が生じる領域 100 を回避して、常態または立ち上げ開始のポイントから蒸着プロセスに対応した常態に至るまでの間、フィラメント 20 のタングステンに酸化が生じることのない領域 200 内で推移させることにより、フィラメント 20 の実質的な劣化を助長させるようなタングステンの酸化を

抑制ないし解消するように制御する。

【0053】なお、タングステンに酸化が生じることのない領域200では、酸素分圧が高くても、それに伴って温度が十分に高ければ、生成された酸化タングステンが熱分解されるなどして、いわゆる物理的還元作用が生じるので、実質的にフィラメント20の劣化の要因となるような酸化が抑制ないし回避される。また、温度が低くても、それに伴って酸素分圧が十分に低ければ、タングステンの酸化が生じないか、生じても極めて緩慢にしか進まないの、実質的にフィラメント20の劣化の要因となるような酸化は生じることがない。

【0054】そのような本発明による電子ビーム蒸着方法としては、さらに詳細には、例えば次に述べるような数種類の態様が可能である。

【0055】典型的な態様の一つとしては、図3に一例を示したように、蒸着プロセスの前工程では、まず酸素分圧を一定に保ちつつ、フィラメント20の温度を蒸着プロセスで要求される温度にまで上昇させ、しかる後に、フィラメント20の温度を一定に保ちつつ、蒸着作業容器1内の酸素分圧を蒸着プロセスで要求される酸素分圧にまで上昇させる。そして蒸着プロセスの後には、まずフィラメント20の温度を一定に保ちつつ、酸素分圧を所定の酸素分圧にまで降下させ、しかる後に、酸素分圧を一定に保ちつつ、フィラメント20の温度を所定の温度にまで降下させる、というものである。このようにすることにより、一度に変化させる制御量が温度または酸素分圧のいずれか一つとなるので、その制御則および制御プロセスが極めて簡易なものとなり、プラント制御の自動化をさらに容易なものとすることができるというメリットがある。しかも、タングステンの酸化が生じる領域100と生じることのない領域200との間の境界から最も遠くかつ単純な経路でフィラメント20の温度および酸素分圧を変化させているので、制御量に多少の誤差が生じたり、タングステンに酸化が生じる領域100と酸化が生じることのない領域200との間の境界に多少の揺ぎが生じても、それらから悪影響を受けることなく、極めて確実にフィラメント20の顕著な酸化を回避または抑制することができるというメリットがある。

【0056】また、図4に示したように、前工程または後工程あるいはその両方（図4では両方の場合を示している）で、フィラメント20の温度が高くてもタングステンに酸化が生じることのないような十分に低い値に酸素分圧を保ちつつ、フィラメント20の温度を蒸着プロセスで要求される温度を超えた高温であってかつフィラメント20に粒界の劣化が生じる温度未満の温度にまで加熱して、フィラメント20をいわゆる「空焼き」することにより、例えば蒸着プロセスの間などに少しずつでもフィラメント20の表面やその周囲のガン部材15の裏面などに付着して溜っていた酸化タングステンなどに

ついても、熱分解あるいは昇華させて確実に除去することが可能となる。

【0057】また、図5に一例を示したように、フィラメント20の温度と酸素分圧との組み合わせを、タングステンの酸化が生じることのない領域200内で曲線的に変化させてもよい。但し、この場合、フィラメント20の温度と酸素分圧との2つの制御量を並行して制御することが必要であることは言うまでもない。

【0058】あるいは、蒸着プロセスで要求されるフィラメント20の温度と酸素分圧との組み合わせが、タングステンに酸化が生じる領域100内とならざるを得ない場合などには、図6に示したように、前工程では、一旦、タングステンの酸化が生じることのない領域200内を経由してフィラメント20を高温な状態にしておき、それからフィラメント20の温度をやや降下させて蒸着プロセスで要求される状態に移行し、蒸着プロセスが完了すると、後工程では前工程と逆に、フィラメント20の温度を上昇させて、タングステンの酸化が生じることのない領域200内を経由して常態のポイントあるいは立ち上げポイントへと戻すようにしてもよい。但し、この場合には、蒸着プロセスのポイントがタングステンに酸化が生じる領域100内にあるので、蒸着プロセス中にフィラメント20が酸化することは避けられない。従って、このような蒸着プロセスはできるだけ避けた方がよいことは言うまでもないが、不可避的に必要である場合などには、蒸着プロセスで生じてしまった酸化タングステンを、この図6に一例を示したような方法によって前工程や後工程で熱分解または昇華させて除去することが有効である。なお、この場合には、タングステンの酸化が生じることのない領域200内を経由する前工程または後工程で、さらにフィラメントを空焼きする工程を付加するようにしてもよい。

【0059】あるいは、蒸着プロセスの後工程では、図7に一例を示したように、酸素分圧は一定のままで、フィラメント20の温度をフィラメント20の実質的な劣化の要因となるタングステンの酸化が生じることのない迅速さで、タングステンまたはフィラメント20の素材と蒸着作業容器1内の酸素とが擬平衡状態になるまで（擬平衡領域300に入るまで）降下させ、しかる後に、酸素分圧を降下させるようにすることなども可能である。

【0060】すなわち、酸素分圧が高くても、フィラメント20の表面の温度が例えば常温や室温程度のように十分に低ければ、タングステンと酸素との反応は擬平衡状態にあるので、実質的にフィラメント20は酸化しない。そこで、蒸着プロセスの終了後、酸素分圧は蒸着プロセスの時点から変化させない状態で、まずフィラメント20の温度を迅速に降下させて、フィラメント20の表面の状態を迅速に擬平衡状態に移行させることにより、フィラメント20の実質的な劣化の要因となるタング

グステンの酸化を回避または低減することができる。

【0061】但し、蒸着プロセスの終了後、直ちにフィラメント20への電力供給を停止したとしても、フィラメント20には余熱が残っているため、その余熱が冷めるまでには、ある程度の時間を要する。このため、余熱が冷めるまでの間にフィラメント20が酸化してしまう虞がある。従って、この場合には、実質的にフィラメント20の劣化の要因となる酸化が生じることのない程度に迅速に余熱が冷めるような熱放散性を有するフィラメント20を用いるか、余熱を強制的に冷却するための冷却装置等を付設することが望ましい。あるいは、タングステンの酸化が生じることのない領域200内を経由する前工程で、さらにフィラメントを空焼きする工程を付加することなども有効である。

【0062】なお、上記のような種々の態様の電子ビーム蒸着方法についても、制御回路系13によって制御されて、上記電子ビーム蒸着装置によって具現化されるものであることは言うまでもない。

【0063】以上のような本実施の形態による電子ビーム蒸着方法によって、従来と同様あるいはそれよりも短い蒸着時間で、従来と同様の薄膜を成膜するという条件で、複数回の蒸着成膜作業を行う実験を試行した結果、従来の電子ビーム蒸着方法の場合には平均して使用15回前後でフィラメントが断線していたものが、本実施の形態に係る電子ビーム蒸着方法によれば最高39回まで断線することなく使用することができ、その寿命を従来の2倍以上にまで改善することが可能であることが確認された。

【0064】また、ガン部材の放電やフィラメントの放電についても、従来では例えば蒸着成膜作業19回につき10回発生していたものが、本実施の形態に係る電子ビーム蒸着方法によれば多くて30回の蒸着成膜作業19回につき3回、少なくとも0回となり、明らかに放電の抑制が可能であることが確認された。

【0065】また、本実施の形態に係る電子ビーム蒸着方法によればフィラメントの酸化を抑えることによって電子銃からの熱電子の放出能率の低下の抑制が達成されるので、蒸着に要する時間を従来の50～60分から40以内と明らかに短くすることができた。

【0066】

【発明の効果】以上説明したように、請求項1ないし5のいずれかに記載の電子ビーム蒸着方法または請求項7ないし11のいずれかに記載の電子ビーム蒸着装置によれば、酸素が導入される蒸着作業容器内に配置されたタングステンまたは酸素と反応する素材を主材料としてなるフィラメントから熱電子を放出させ、その熱電子をターゲットに照射してターゲットの物質の蒸気を発生させ、その蒸気をワークに被着させて、ターゲットの物質の酸化物膜をワークの表面に成膜するに際して、フィラメントの温度と酸素分圧との組み合わせが、フィラメン

トの形成材料であるタングステンまたは酸素と反応する素材が酸化することのない組み合わせとなるような条件を保ちつつ、フィラメントの温度とその周囲の酸素分圧とを各々制御して、それら温度および酸素分圧をそれぞれ、例えば蒸着プロセスで要求されるフィラメントの温度と酸素分圧との組み合わせと、常態におけるフィラメントの温度と酸素分圧との組み合わせとの間で、上昇または降下させるようにしたので、フィラメントの熱酸化を解消ないしは低減して、フィラメントの長寿命化および電子放出性能の安定化を達成することができ、延いてはそのようなフィラメントを用いて行われる蒸着プロセスによって成膜される酸化物膜の品質や信頼性の向上およびその蒸着プロセスに要する手間や時間の簡易化や低コスト化を達成することが可能となる。

【0067】また、請求項6記載の電子ビーム蒸着方法または請求項12記載の電子ビーム蒸着装置によれば、実質的な成膜を行う蒸着プロセスの終了後、酸素分圧は蒸着プロセスの時点から変化させない状態で、まずフィラメントの温度を、フィラメントの実質的な劣化の要因となるタングステンの酸化または素材の酸化を生じない程度に十分急速に降下させるようにしたので、フィラメントの温度を低下させて行きフィラメントの温度と酸素分圧との組み合わせがタングステンの酸化または素材の酸化を生じせしめる状態に突入することとなっても、その状態を経過する時間が短時間である（その領域を急速に経過する）ことから、フィラメントの実質的な劣化の要因となるタングステンの酸化または素材の熱酸化を解消ないしは低減して、フィラメントの長寿命化および電子放出性能の安定化を達成することができ、延いてはそのようなフィラメントを用いて行われる蒸着プロセスによって成膜される酸化物膜の品質や信頼性の向上およびその蒸着プロセスに要する手間や時間の簡易化や低コスト化を達成することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施の形態に係る電子ビーム蒸着装置の概要構成を表したものである。

【図2】フィラメントの温度とその周囲の雰囲気中の酸素分圧との2変数の組み合わせの変化を二次元的チャートとして横軸にフィラメントの温度をプロットし縦軸に酸素分圧をプロットしてなる図である。

【図3】本発明による電子ビーム蒸着方法の典型的な態様の一つを表した図である。

【図4】本発明による電子ビーム蒸着方法の典型的な他の態様の一つを表した図である。

【図5】本発明による電子ビーム蒸着方法の典型的なさらに他の態様の一つを表した図である。

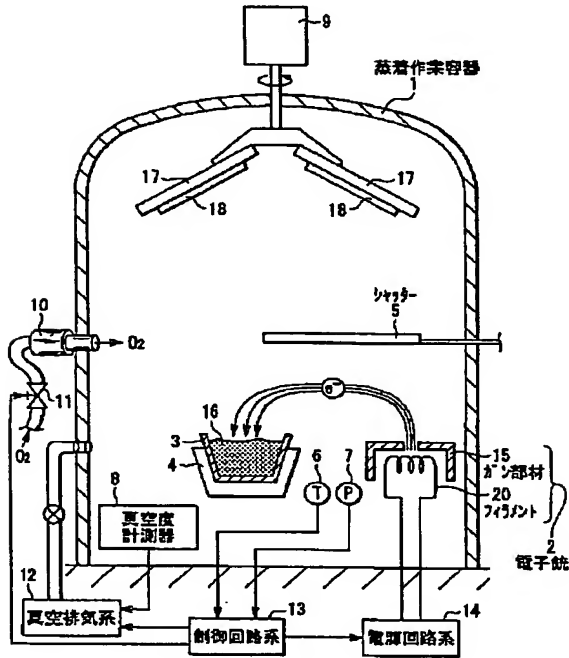
【図6】本発明による電子ビーム蒸着方法の典型的なさらに他の態様の一つを表した図である。

【図7】本発明による電子ビーム蒸着方法の典型的なさらに他の態様の一つを表した図である。

【符号の説明】

1…蒸着作業容器、2…電子銃、3…ハース、4…ハース冷却系、5…シャッター、6…温度計測器、7…酸素分圧計測器、8…真空度計測器、9…ホルダー回転機

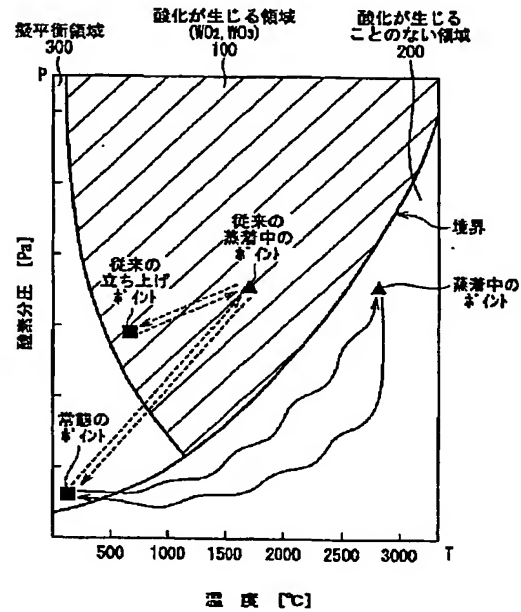
【図1】



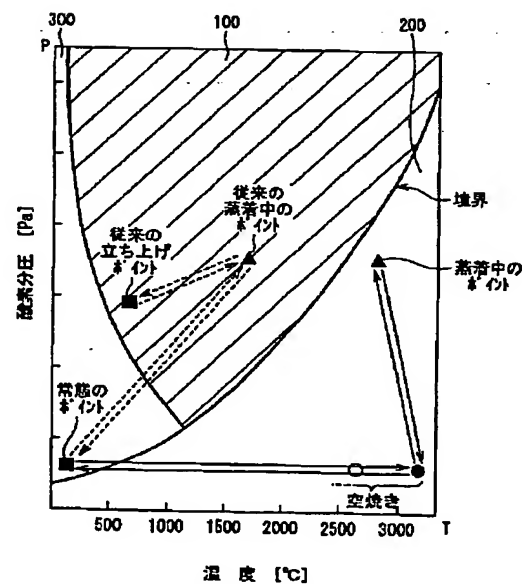
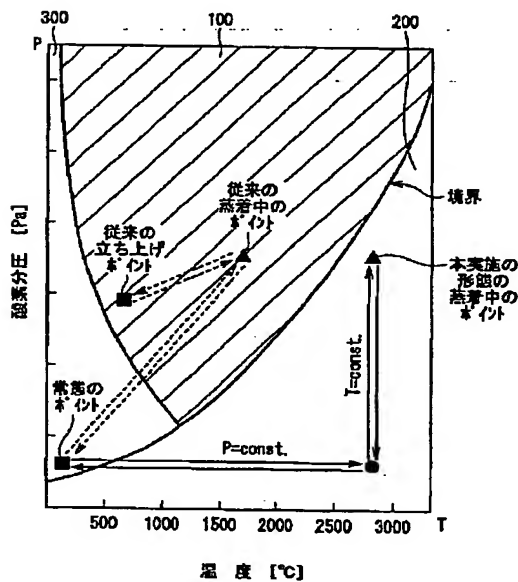
【図3】

構、10…ノズル、11…開度調節弁、12…真空排気系、13…制御回路系、14…電源回路系、15…ガン部材、16…ターゲット材、17…ホルダー、18…ワーク、20…フィラメント

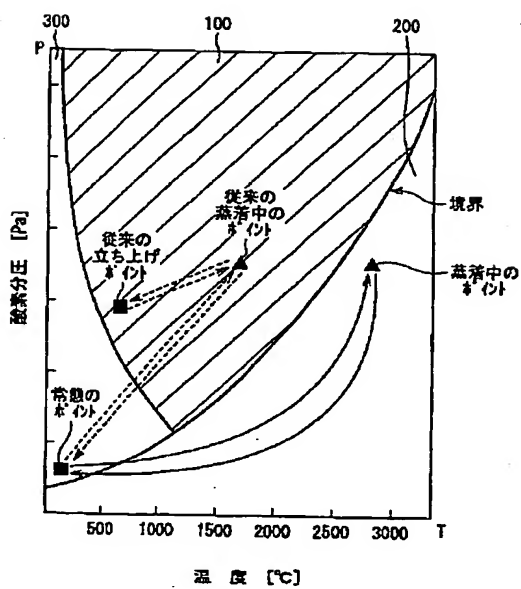
【図2】



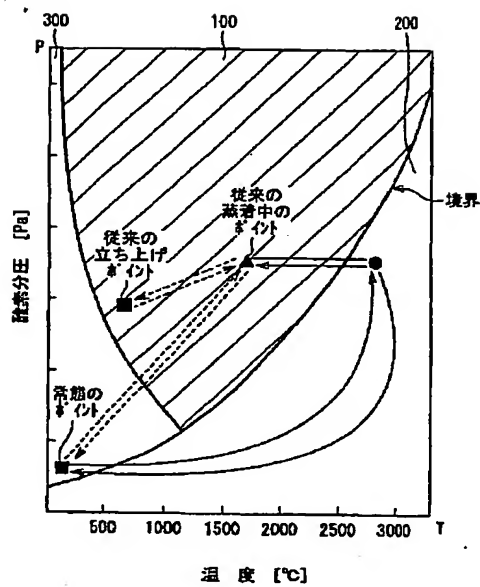
【図4】



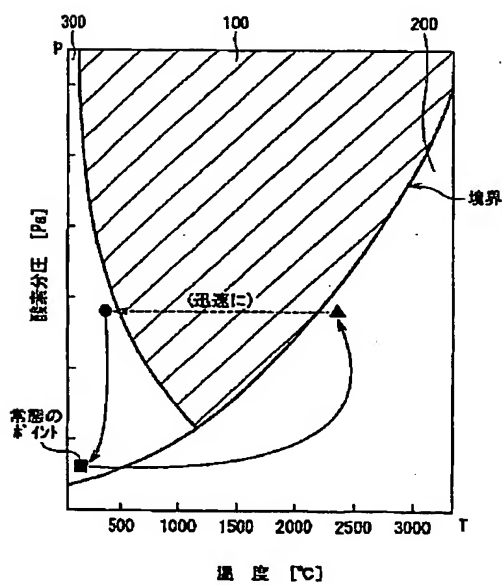
【図5】



【図6】



【図7】



THIS PAGE BLANK (USPTO)